

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 257 826 A1

4(51) C 07 C 47/06
C 07 C 45/34
C 07 C 45/26

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 07 C / 300 089 5	(22)	20.02.87	(44)	29.06.88
(71)	VEB Chemieanlagenbaukombinat Leipzig – Grimma, PSF 12, Böhlen, 7202, DD				
(72)	Landgraf, Eugen; Schubert, Wolfgang, Dipl.-Ing.; Lorenz, Frank, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD				
(54)	Reaktor zur Acetaldehydherstellung mit unterer Rohgaszuführung				

(55) Azetaldehyd, Reaktor, Demister, Kühlung, Gleichstrom, Gegenstrom, Gasverteilung, Quecksilberabscheidung
(57) Die Erfindung betrifft einen Reaktor mit verbesserter Rückführung von, im austretendem Reaktionsgas enthaltenen Wasserdampf, Kontaktsäure und Quecksilber und zur Gasverteilung des eintretenden Reaktionsgases. Erfindungsgemäß ist der Reaktor so gestaltet, daß oberhalb des Reaktorfußes eine Gasverteilung eine sehr gute Kontaktierung von Gas und Flüssigkeit in der Blasensäule gewährleistet. Durch zwei Demister am Generatorkopf erfolgte eine Grob- und Feinabscheidung von mit dem Gasstrom mitgerissenen Flüssigkeitspartikeln, bestehend aus Kontaktsäure und Quecksilber. Zwischen beiden Demistern ist ein Partialkondensator zur Kondensation von Wasserdampf zwischengeschaltet. Mit diesem Reaktor ist eine Gleich- und Gegenstromfahrweise von Gas und Kontaktsäure möglich.

ISSN 0433-6461

6 Seiten

BEST AVAILABLE COPY

- 1 - 257 826

Patentanspruch:

1. Reaktor zur Acetaldehydherstellung mit unterer Rohgaszuführung (2) und oberer Acetaldehydabführung (17) mit Quecksilber- und Kondensatrückführung, **gekennzeichnet dadurch**, daß im Kopf des Reaktors (1) oberhalb des Kontaktsäurespiegels (7) ein Demister (8) und über diesem Demister (8) ein Partialkondensator (9) angeordnet ist.
2. Reaktor nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß oberhalb des Partialkondensators (9) ein zweiter Demister (10) angeordnet ist.
3. Reaktor nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß unterer Demister (8) und oberer Demister (10) von unterschiedlicher Höhe und Porosität sind.
4. Reaktor nach Anspruch 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß oberhalb des oberen Demisters (10) und/oder oberhalb des Partialkondensators (9) und/oder oberhalb des unteren Demisters (8) Rückspüleinrichtungen (11, 12) angeordnet sind.
5. Reaktor nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Rückspüleinrichtungen (11, 12) Sprüheinrichtungen mit Düsen (13) sind, die mit der Kontaktsäureführungsleitung (5) verbunden sein kann.
6. Reaktor nach Anspruch 1 bis 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß zwischen Kontaktsäurespiegel (7) und unterem Demister (8) eine Kondensatauffangtasse (14) mit Gasdurchtrittsöffnungen angeordnet ist und die aufgefangene Kontaktsäure über eine Rücklaufleitung (15) in die Kontaktsäurezuführungsleitung (5) gelangt oder über eine Verteilereinrichtung (16) direkt in den oberen Teil des Reaktionsraumes gelangt.
7. Reaktor nach Anspruch 1 bis 6, **gekennzeichnet dadurch**, daß am Boden des Reaktors (1) eine Rohgasverteilereinrichtung (3) angeordnet ist und eine Kontaktsäurezuführungseinrichtung (6) gegebenenfalls mit der Rücklaufleitung (15) unterhalb der Rohgasverteilereinrichtung (3) angeordnet ist.
8. Reaktor nach Anspruch 1 bis 7, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Rohgasverteilereinrichtung (3) ein Rohrring mit nach unten bzw. tangential oder quer zur Strömungsrichtung der Flüssigkeit gerichteten Gasaustrittsöffnungen oder -düsen ist und darüber ein Lochboden (4) angeordnet sein kann.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft einen Apparat zur Herstellung von Acetaldehyd durch Umsetzung von Acetylen und Wasser beziehungsweise Äthylen und Sauerstoff.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Der Stand der Technik zur Herstellung von Acetaldehyd aus Acetylen und Wasser wird durch die DD-PS 20939 und aus Äthylen und Sauerstoff durch DD-PS 22987 repräsentiert. Bei beiden Verfahren werden Blasen säurereaktoren eingesetzt. Die Reaktoren bestehen aus einem zylindrischen unterem Teil, einer darüber liegenden konischen Erweiterung der ein zylindrischer oberer Teil folgt. Gasförmige Ausgangsstoffe und Kontaktflüssigkeit (Kontaktsäure) werden am Fuß des zylindrischen unteren Teiles eingebracht und im Gleichstrom aufwärts durch den Reaktor geleitet. Im oberem Teil erfolgt die Trennung beider Medien in der Form, daß die Flüssigkeit den Reaktor durch einen Überlauf verläßt und das Gas durch einen zentralen Stutzen im oberem Deckel des Reaktors abgeleitet wird. Dem Reaktor ist gasseitig unmittelbar ein Kondensator nachgeschaltet in dem das im Reaktor verdampfte Wasser aus dem Gasstrom auskondensiert und von da aus in den unteren Teil des Reaktors rückgeführt wird, wo es zur Durchführung des Prozesses benötigt wird.

Beim Verfahren zur Acetylenumsetzung zu Acetaldehyd wird Quecksilber als Katalysator eingesetzt. Es ist deshalb erforderlich aus dem Gasstrom das metallische Quecksilber, das als Flüssigpartikel mitgerissen wird und ebenso wie das Wasser verdampft, in einem Abscheider aus dem Gas abgetrennt wird.

Die bekannten Apparate bringen verschiedene Nachteile mit sich. Die Gaseinleitung in Form eines einfachen Rohres bzw. die Aufteilung in vier über den Querschnitt gleichmäßig verteilter Rohre erzeugt eine recht ungleichmäßige Gasverteilung mit großen Gasblasen sowohl über den Querschnitt als auch über die Verweilzeit. Die Kontaktierung von Gas und Flüssigkeit ist unzureichend. Aus der zeitlich instationären Blasenbildung resultieren Druckschwankungen im Apparat und damit auch Stöße des Apparates auf dem Stahlbau.

Die mit dem Gas aus dem Reaktor mitgerissenen Flüssigkeitspartikel (Quecksilber und Kontaktsäure) werden in nachgeschaltete Apparate eingebracht. Es kommt zu Nebenreaktionen und zu Korrosionserscheinungen in diesen Apparaten.

Nachteilig für die Aufstellung von Anlagen ist es auch, daß zur Abtrennung der flüssigen und dampfförmigen Einsatzprodukte aus dem Reaktionsgasstrom mehrere Apparate (Reaktor, Partialkondensator und Abscheider) benötigt werden.

BEST AVAILABLE COPY

- 2 - 257 826

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, den Prozeß zu beruhigen bei gleichzeitiger Intensivierung der Reaktion durch günstigere Gasverteilung, die Rückführung von Quecksilber, Kontaktsäure und Wasser zu verbessern und die Betriebskosten zu senken.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, durch geeignete Mittel die Gasverteilung in der Blasensäule zu verbessern und das Quecksilber und weitere Reaktanten des Prozesses ganz oder teilweise zu eliminieren und sofort der Reaktion wieder zuzuführen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß in einem an sich bekannten Reaktor mit bodennaher Gas- und Kontaktsäurezuführung für das Prozeßgas eine Gasverteilungseinrichtung, deren Gaseintrittsöffnungen nach unten beziehungsweise tangential oder quer zur Strömungsrichtung der Flüssigkeit gerichtet sein sollten, angeordnet ist und oberhalb des Kontaktsäurespiegels ein Demister und über dem Demister ein Partialkondensator so eingehangen wird, daß das Kondensat weitgehend gleichmäßig über den Querschnitt abtropft. Über dem Partialkondensator kann ein weiterer Demister angeordnet sein.

Zur Vermeidung der Aufkonzentration mit Quecksilber und Kondensat in der oberen Schicht der Kontaktsäure kann zwischen Kontaktsäurespiegel und unterem Demister eine Auffangtasche mit Rücklaufleitung zur Frischsäureleitung angeordnet sein. Die Installation einer Rückspüleinrichtung mit Sprühdüsen, die den gesamten Querschnitt überstreichen über dem unteren Demister und/oder über dem oberen Demister, die kontinuierlich oder diskontinuierlich arbeitet, ist zweckmäßig.

Die Wirkungsweise der erfindungsgemäßen Lösung besteht darin, daß im Demister mitgerissenes Quecksilber und Kontaktsäure aus dem Reaktionsgas abgeschieden, im Partialkondensator Wasserdampf kondensiert und das abgeschiedene Kondensat die im Demister abgeschiedenen Produkte aus diesem spült.

Die Quecksilberrückspülung kann durch die mit Kontaktsäure betriebene Rückspüleinrichtung vorteilhaft unterstützt werden. In Abhängigkeit vom Prozeß sowie der Prozeßführung und der damit verbundenen Beladung des Reaktionsgases mit Quecksilber kann über einen weiteren über dem Partialkondensator liegenden Demister mit dichteren Gewebelagen und/oder höherer Packung eine Quecksilberrestabscheidung erfolgen. Das Quecksilber wird hier über die darüber angeordnete Spülvorrichtung oder eine zweite Spülvorrichtung ausgespült. Beim Gegenstromprozeß, das heißt untere Prozeßgaszuführung und obere Kontaktsäurezuführung, kann die Kontaktsäure ganz oder teilweise über die Rückspüleinrichtung oder die Rückspüleinrichtungen zugeführt werden. Bei einem intensiv geführten Prozeß ist es vorteilhaft, das rückgespülte Gemisch unter dem unteren Demister in der Auffangtasche aufzufangen, abzuführen und der Frischsäurezuführung als Kreislaufmenge zuzugeben.

Die wesentlichen Vorteile der erfindungsgemäßen Lösung liegen darin, daß die Gasverteilung gleichmäßig über den gesamten Querschnitt und damit fein verteilt erfolgt, daß annähernd das gesamte Quecksilber und zwar effektiver als mit nachgeschalteten Maßnahmen abgeschieden wird, ein annähernd verlustfreier und autarker Quecksilber- und Kondensatrücklauf bewirkt wird und der apparative und energetische Aufwand gegenüber nachgeschalteten Gasreinigungsmaßnahmen erheblich geringer ist.

Die Erfindung soll nachstehend an zwei Beispielen erläutert werden.

Figur 1 zeigt einen Gleichstromreaktor als Schema mit der Kopfgestaltung, Auffangtasche, Demister, Partialkondensator, Demister, Rückspüleinrichtung und Gasverteilungseinrichtung in Bodennähe und unterer Kontaktsäurezuführung mit Verteilungseinrichtung. Figur 2 zeigt einen Gegenstromreaktor mit der Kopfgestaltung oberer Kontaktsäureverteilereinrichtung, Demister, Partialkondensator, Demister, Rückspüleinrichtung und unterer Gasverteilung.

Beispiel 1, Figur 1

In einen Acetaldehydreaktor (1) erfolgt die Acetylenzuführung über eine Rohgaszuführungsleitung (2) zu der Gasverteilungseinrichtung (3) mit Lochboden (4). Die Zuführung der Kontaktsäure erfolgt über die Kontaktsäurezuführungsleitung (5) und die Kontaktsäurezuführungseinrichtung (6). Im Kopf des Reaktors ist oberhalb des Kontaktsäurespiegels (7) ein unterer Demister (8), darüber ein Partialkondensator (9) zur Senkung der Gastemperatur von ca. 100°C auf ca. 75°C und ein oberer Demister (10) angeordnet. Über beiden Demistern (8, 10) ist jeweils eine Rückspüleinrichtung (11, 12) mit gleichmäßig am Umfang verteilten Sprühdüsen (13) angebracht. Zur Rückführung des Kondensates und des abgeschiedenen Quecksilbers und der Kontaktsäure ist unter dem unteren Demister (8) eine Auffangtasche (14) angebracht. Diese ist mit der Kontaktsäurezuführungsleitung (5) verbunden.

Das Prozeßgas wird unten über die gitterartige Gasverteilungseinrichtung (3) in gleicher Richtung wie die zuströmende Kontaktsäure (5) zugeführt. Der darüber angeordnete Lochboden (4), dessen Löcher einen Durchmesser von etwa 90 mm aufweisen, sorgt für eine weitere Gleichverteilung des Prozeßgases.

Das oben austretende mit Quecksilber und Kontaktsäure beladene Reaktionsgas-Dampfgemisch tritt aus der Kontaktsäure aus und muß mit relativ hoher Geschwindigkeit zunächst den unteren Demister (8) passieren. Durch Masseträgheit treffen die mitgerissenen Quecksilber- und Kontaktsäurepartikel auf die Gewebefasern, verlieren ihre kinetische Energie und bleiben zunächst daran haften. Durch das abtropfende Kondensat aus dem Partialkondensator (9), welche sich mit der frischen Kontaktsäure aus der Spüleinrichtung (11) mischt, werden das Quecksilber und die Kontaktsäure sofort wieder aus dem Demister (8) gespült und gelangen in die Auffangtasche (14) und von dort in die Kontaktsäurezuführungsleitung (5).

Im Partialkondensator (9) wird das Reaktionsgas bis auf eine Temperatur von ca. 75°C gekühlt, wobei entsprechend dem Partialdruck der Wasserdampf kondensiert, so daß im darüberliegenden feinporigen Demister (10) mit einer Höhe der Packungslagen von ca. 200 mm das Quecksilber annähernd restlos abgeschieden wird. Durch aufgespülte Kontaktsäure bzw. Wasser wird der Demister gereinigt (12).

- 3 - 257 826

Da der untere Demister (8) großporiger ist, bleibt die höhere Flüssigkeitsbelastung ohne Belang. Am oberen Gasstutzen (17) wird das gereinigte Reaktionsgas abgenommen.

Beispiel 2, Figur 2

Die Zuführung des Prozeßgases erfolgt einschließlich seiner Verteilung entsprechend Beispiel 1. Die Zuführung der Kontaktsäure erfolgt über die Kontaktsäurezuführungsleitung (5) und die Kontaktsäureverteilereinrichtung (16). Die Anordnung der Demister (8, 10) und des Partialkondensators (9) ist analog Beispiel 1.

Das Prozeßgas (2) wird unten über die gitterartige Gasverteilungseinrichtung (3) und dem darüber angeordneten Lochboden (4) dem Reaktor zugeführt. Der Ablauf der Kontaktsäure erfolgt am Boden über die Leitung der ablaufenden Kontaktsäure (15). Über diese Leitung gelangt ein Teilstrom zusammen mit regenerierter Kontaktsäure in die Verteilereinrichtung (16) zur Verteilung über den gesamten Reaktorquerschnitt.

Das oben austretende mit Quecksilber und Kontaktsäure beladene Reaktionsgas-Dampfgemisch tritt aus der Kontaktsäure aus und muß mit relativ hoher Geschwindigkeit zunächst den unteren Demister (8) passieren. Die mitgerissenen Quecksilber- und Kontaktsäurepartikel werden an den Gewebefasern abgeschieden. Durch das abtropfende Kondensat aus dem

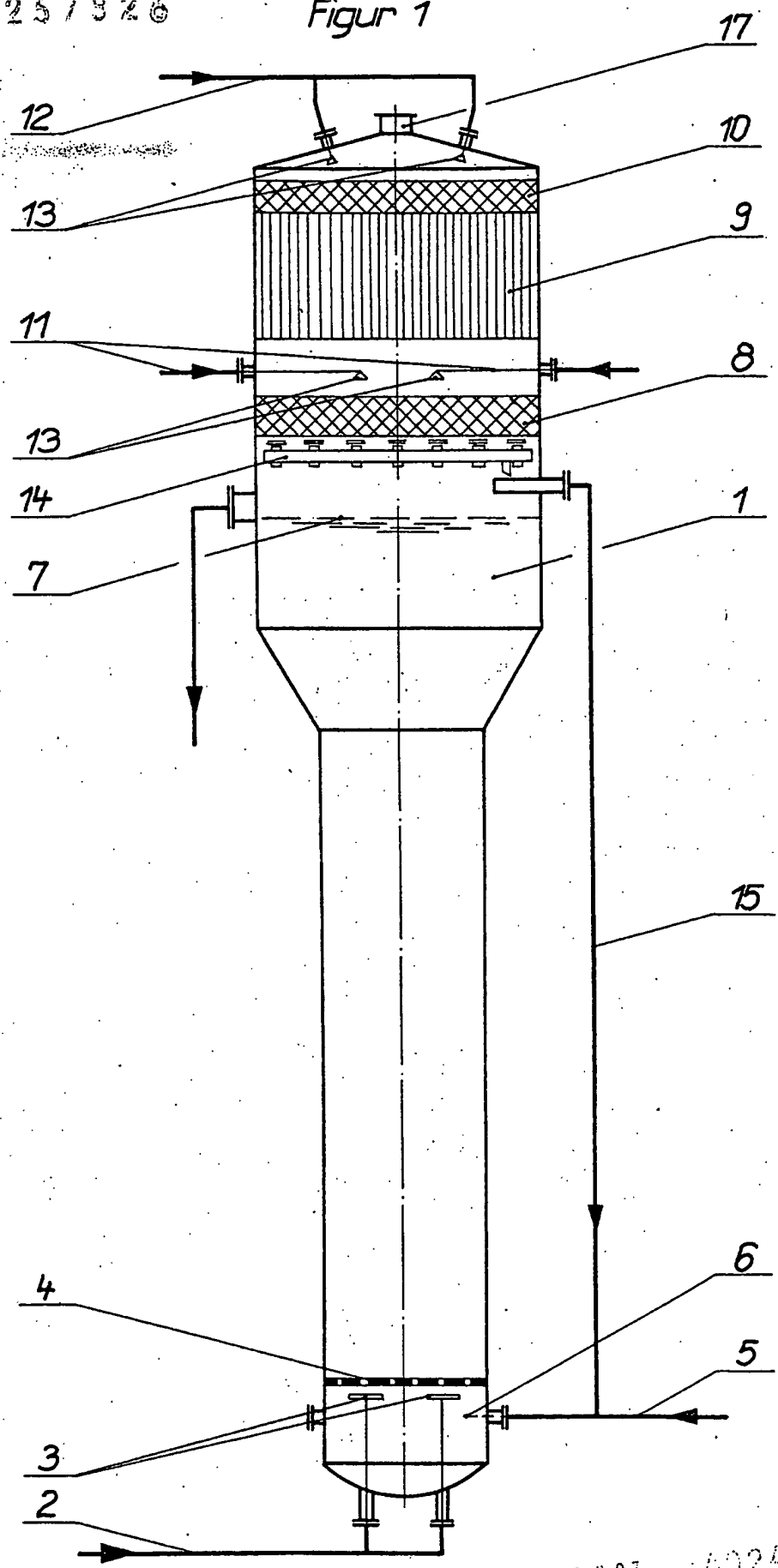
Partialkondensator (9), welches sich mit der frischen Kontaktsäure aus der Spüleinrichtung (11) mischt werden das Quecksilber und die abgeschiedene Kontaktsäure sofort wieder aus dem Demister (8) gespült und gelangen in die Verteilereinrichtung (16). Von dort läuft die Säure in den Reaktionsraum.

Das Reaktionsgas wird im Partialkondensator (9) auf ca. 75°C gekühlt. Im darüber liegenden feinporigen Demister (10) wird das noch im Gas befindliche Quecksilber fast restlos abgeschieden. Durch aufgespülte Kontaktsäure bzw. Wasser wird der Demister (10) gereinigt. Am oberen Gasstutzen (17) wird das gereinigte Reaktionsgas abgenommen.

BEST AVAILABLE COPY

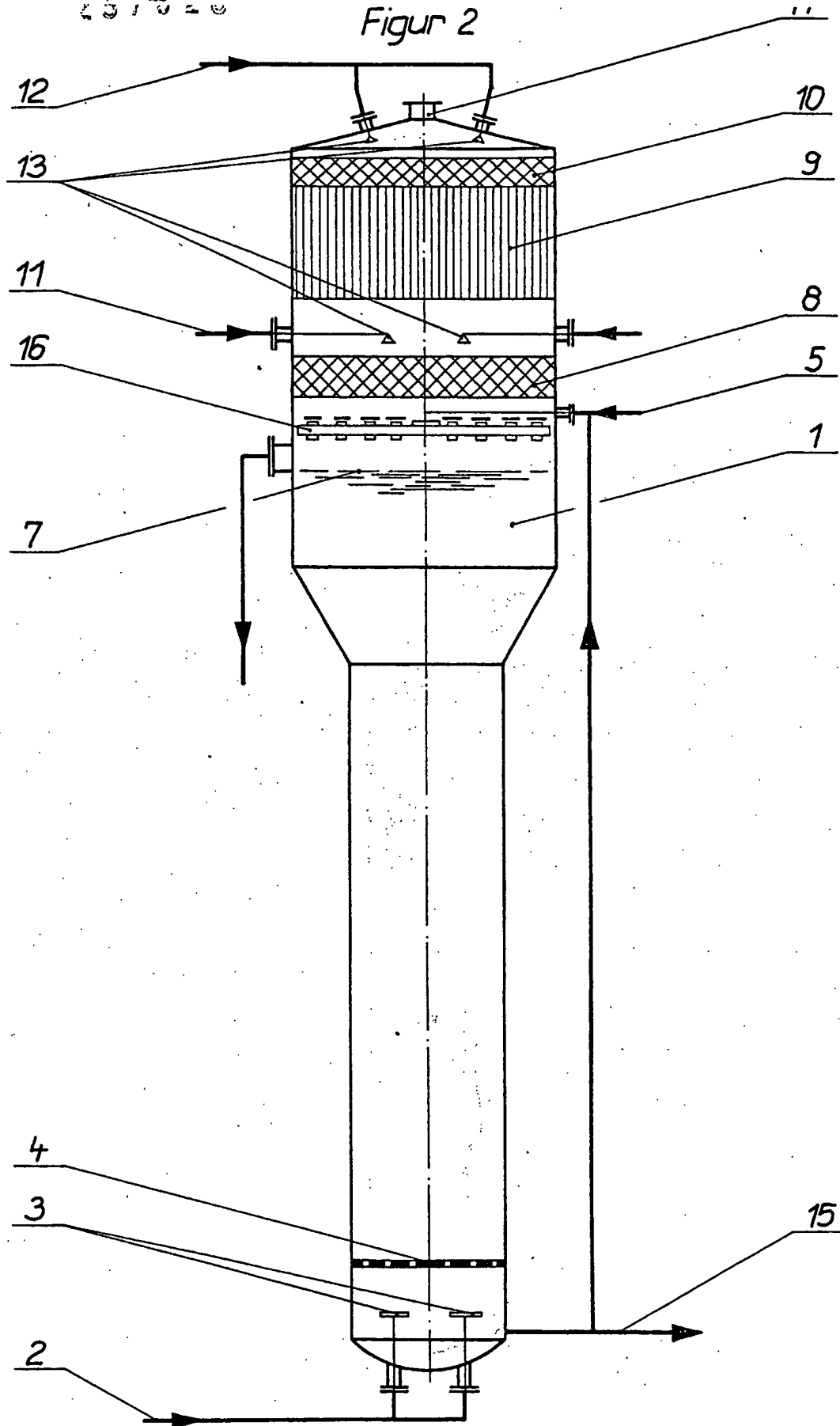
257326

Figur 1



15.6.87- 14024C

Figur 2



17 007- 14024C
BEST AVAILABLE COPY